

牛乳 (ギ酸メタノール使用)

AUTO-LC



STQ-L200

前処理フロー

試料 10g

- 添加 各2ppm混合標準溶液 50uL
- アセトニトリル 10mL

ホモジナイズ

- NaCl (食塩) 1g
- クエン酸3Na2水和物 1g
- クエン酸水素2Na1.5水和物 0.5g
- MgSO₄ (無水硫酸マグネシウム) 4g

撈拌 (手で振とう 1分間)

遠心分離 (3000rpm 5分間)

アセトニトリル層

試料瓶 (自動前処理装置にセット)

自動前処理装置 STQ-L200
LC法: 10分/検体

分取 1 mL

固相 C18-30 mg+PSA-30 mg: 精製

- 洗液 0.4%ギ酸メタノール 1mL (pH2.5)

流出液

- 水 0.5mL

固相 C18-50mg: 精製

- 溶出 メタノール/水 (8/2) 1mL

溶出液

定容 (4mL, 水で調製: 4倍希釈)

LC/MS/MS (注入量 5 uL: 試料1.25mg相当)

目的/実験方法

自動前処理装置STQ-L200を用いた
添加回収試験(LC法)

- 添加濃度 (試料中): 10ppb
- 最終バイアル中濃度: 2.5ppb
- 農薬: 関東MIX-53, 54, 55, 58, 45
(2ppmMIX/MeOHを作成)
: 一部のGC対象高極性農薬
(2ppmMIX/アセトニトリルを作成)
- 検量線:
 - ・絶対、直線検量線
 - ・1点: 2.5ppb
農薬混合標準溶液 (アセトニトリル:80%メタノール/
水:0.4%ギ酸メタノール:水=1:1:1:1)
- 測定: sMRM測定 (1チャンネル/成分)



遠心分離後の状態

精製後の固相カートリッジ
左) C18-30+PSA-30
右) C18-50

Sample



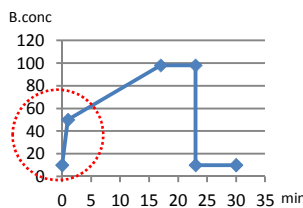
Information

水分: 87.4%
脂質: 3.8%
脂肪酸: 3.32%

牛乳を検体とする。

LC/MS/MS分析条件

装置	MS: API 3200Q system (AB SCIEX)
	LC: Prominence (SIMADZU)
分析カラム	L-column2 ODS 2.1×150mm 3.0μm (化学物質評価研究機構)
移動相	A: 0.5mM酢酸アンモニウム水溶液 B: 0.5mM酢酸アンモニウム含有メタノール
グラジエント条件	B conc. (%)
Positive	10%→50% (0-1min) →98% (1-17min) →98% (17-23min) →10% (23-30min)
Negative	10%→50% (0-2min) →98% (2-10min) →98% (10-13min) →10% (13-20min)
分析時間	30min (Positive), 20min (Negative)
流速	0.2mL/min
注入量	5μL
イオン化モード	ESI Positive/Negative
イオンスプレー電圧	5500V/-4500V
イオンソース温度	350°C
測定モード	sMRM (scheduled Multiple Reaction Monitoring)



* Posのグラジエント: アセフェートなどの高極性農薬のピーク形状が改善

考察

液体試料だったが遠心分離後は、試料層が少してきた。

Positive、Negative測定農薬ともに、概ね良好な結果が得られた。一部の農薬は感度が悪い、またはRetention TimeがずれたのかStandardのピークが確認できず、分析不可のものがあった。

Product

Smart-SPE C18-30
Smart-SPE C18-50
Smart-SPE PSA-30

株式会社アイスティサイエンス

〒640-8341
和歌山市黒田120-6 アソト黒田2F
TEL. 073-475-0033
FAX. 073-497-5011
www.aisti.co.jp

No.	Pesticide Name	添加回収率	Spike回収率	No.	Pesticide Name	添加回収率	Spike回収率	No.	Pesticide Name	添加回収率	Spike回収率
1	Abamectin	88.6	101.2	81	Hexaflumuron	85.0	102.6	161	Triflumuron	102.4	117.0
2	Acephate	90.7	97.8	82	hexazinone	107.4	111.7	162	Triticonazole	107.4	98.7
3	Acetamidiprid	114.4	108.6	83	Hexythiazox	92.4	105.8	163	XMC	96.3	98.4
4	Acibenzolar-S-methyl	73.0	105.1	84	Imazalil	86.6	95.0	Negative			
5	Aldicarb	108.9	107.7	85	imazamethabenz-methyl	106.9	114.6	1	2-4-D	85.3	122.9
6	Aldoxycarb	73.2	66.8	86	Imazaquin	93.0	96.7	2	2-4-DP (Dichlorprop)	94.0	101.2
7	Anilofos	89.8	103.8	87	Imazosulfuron	59.9	150.1	3	4-Chlorophenoxyacetic acid	92.1	94.9
8	Aramite	99.7	100.3	88	Imidacloprid	112.8	112.4	4	Acifluorfen	73.7	101.1
9	atrazine	108.7	110.3	89	Indanofan	92.2	78.5	5	Bromoxynil	82.6	100.8
10	Azamethiphos	104.9	141.9	90	Indoxacarb	119.9	123.8	6	Cloprop	103.6	105.0
11	Azimsulfuron	101.9	85.0	91	Iodosulfuron-methyl	106.8	88.2	7	Cyclanilide	84.7	96.0
12	Azinphos-methyl	129.2	126.9	92	Iprodione	-	-	8	Dichlorprop	94.0	101.2
13	Azoxystrobin	100.4	89.4	93	Iprovalicarb	103.8	99.5	9	Fluroxypyr	85.9	100.1
14	Bendiocarb	96.9	98.7	94	Isopropcarb	109.5	104.3	10	Fomesafen	85.1	93.1
15	Bensulfuron-methyl	111.1	111.1	95	Isoxaflutole	95.6	125.1	11	Gibberellin	101.2	108.5
16	Benzofenap	107.5	110.9	96	Lactofen	102.8	117.7	12	Hexaflumuron	94.8	106.7
17	Boscalid	99.9	103.3	97	Lenacil	102.0	115.2	13	Ioxynil	89.3	117.5
18	bromacil	105.4	91.9	98	Linuron	99.1	119.1	14	Lufenuron	103.1	111.1
19	Butafenacil	100.2	112.5	99	Lufenuron	72.3	93.7	15	MCPA	89.4	93.4
20	Carbaryl	97.3	102.8	100	Mepanipyrim	92.1	100.6	16	MCPB	112.6	96.7
21	Carbofuran	109.4	112.4	101	Mesosulfuron-methyl	101.2	100.3	17	MCPP (Mecoprop)	91.7	103.3
22	carboxin	95.7	92.4	102	Methabenzthiazuron	98.8	91.8	18	Methoxyfenozide	101.5	102.9
23	Carpropamide	101.0	115.9	103	Methamidophos	76.7	87.3	19	Naphthaleneacetic acid	123.6	78.9
24	Chloridazon	84.3	101.3	104	Methiocarb	98.0	94.2	20	Naproanilide	102.9	108.6
25	Chlorimuron-ethyl	87.5	94.6	105	Methomyl	149.9	117.2	21	Oryzalin	99.9	107.9
26	Chlorsulfuron	84.9	91.1	106	Methoxyfenozide	101.3	102.3	22	Thidiazuron	111.8	118.4
27	Chlorxuron	106.8	109.2	107	Metosulam	103.0	103.3	23	Triclopyr	91.9	93.8
28	Chromafenozide	98.1	105.2	108	Metsulfuron-methyl	111.0	112.8				
29	Cinosulfuron	133.3	123.3	109	mevinphosE	102.1	85.3				
30	Clodinafop acid	-	-	110	mevinphosZ	99.1	87.4				
31	Clofencet	57.9	58.3	111	monocrotophos	105.6	102.4				
32	Clofentazine	87.9	104.1	112	Monolinuron	94.4	105.9				
33	Clomeprop	89.6	108.9	113	Naproanilide	110.3	116.8				
34	Cloquintocet-mexyl	98.8	95.7	114	Naptalam	88.1	91.5				
35	Cloransulam-methyl	128.8	130.1	115	Novaluron	85.1	91.3				
36	Clothianidin	82.8	109.1	116	oxadixyl	93.8	87.3				
37	Cumyruon	97.6	102.5	117	Oxamyl	78.4	78.6				
38	cyanazine	103.5	107.6	118	Oxaziclomefone	83.4	94.3				
39	Cycloate	99.4	110.7	119	Oxycarboxin	86.3	86.6				
40	Cyclosulfamuron	84.3	105.4	120	Pencycuron	100.3	104.6				
41	Cyflufenamide	114.3	111.5	121	Penoxsulam	85.5	90.2				
42	Cyprodinil	97.5	108.2	122	Phenmedipham	100.8	100.7				
43	DDVP	79.6	73.7	123	PhosphamidoneE	108.7	129.7				
44	Di-allate	83.2	71.3	124	PhosphamidoneZ	83.9	109.1				
45	Diazinon-d	-	-	125	Primicarb	102.5	111.3				
46	Dichlosulam	98.2	92.7	126	Primicarb	101.9	114.5				
47	Diclofop	111.1	108.7	127	Propaquizafop	98.3	103.7				
48	Diclotopos	102.0	95.0	128	propoxur	105.5	121.9				
49	Diflubenzuron	114.2	107.5	129	Propoxycarbazono	111.4	108.2				
50	Dimethirimol	92.0	102.4	130	Pyraclostrobin	95.7	110.1				
51	Dimethoate	95.5	111.9	131	Pyrazolynate	91.5	94.9				
52	DimethomorphE	101.2	107.8	132	Pyrazosulfuron-ethyl	100.9	91.3				
53	DimethomorphZ	110.3	102.8	133	Pyrifitalid	103.6	112.4				
54	Dimeton-s-methyl	117.3	124.2	134	pyroquilon	104.6	105.9				
55	Diuron	108.6	109.6	135	Quizalofop-ethyl	106.7	116.5				
56	Dymuron	115.0	105.1	136	Quizalofop-P-tefuryl	-	-				
57	Epoxiconazole	99.6	111.3	137	Silafluofen	31.8	76.5				
58	Ethametsulfuron-methyl	97.5	96.7	138	Simazine	94.0	107.8				
59	Ethoxysulfuron	-	-	139	Simeconazole	104.4	102.7				
60	Fenamidon	106.5	112.9	140	Simetorin	105.9	104.3				
61	Fenhexamid	109.8	94.5	141	Spinosyn A	75.6	93.7				
62	Fenobucarb	95.5	99.9	142	Spinosyn D	65.9	89.1				
63	Fenoxaprop-ethyl	-	-	143	Sulfentrazone	96.2	99.6				
64	Fenoxycarb	94.8	105.6	144	Sulfosulfuron	86.1	96.0				
65	Fenpyroximate E	92.5	102.0	145	Tebufenozide	104.7	108.5				
66	Fenpyroximate Z	93.7	103.0	146	Tebuthiuron	97.7	103.3				
67	Ferimzone EandZ	97.1	104.5	147	Teflubenzuron	59.5	90.7				
68	Flazasulfuron	100.6	110.6	148	terbacil	-	-				
69	Florasulam	88.0	101.7	149	Tetrachlorvinphos	100.0	101.3				
70	Fluazifop	92.6	102.3	150	Thiabendazole	94.4	100.2				
71	Flufenacet	115.2	114.5	151	Thiacloprid	92.8	104.3				
72	Flufenoxuron	116.9	121.9	152	Thiamethoxam	84.3	92.9				
73	Flumetsulam	108.4	101.6	153	Thidiazuron	99.4	96.5				
74	Fluridon	102.7	102.6	154	Thifensulfuron-methyl	119.2	135.5				
75	Foramsulfuron	132.9	126.2	155	Thiodicarb	40.0	81.1				
76	Forchlorfenuron	102.1	106.2	156	Tralkoxydim	99.2	111.1				
77	Furametpyr	103.7	98.7	157	Triasulfuron	96.5	98.3				
78	Furathiocarb	115.6	100.1	158	Tridemorph E	81.8	107.1				
79	Halosulfuron-methyl	109.5	128.0	159	Tridemorph Z	91.3	118.4				
80	Haloxypop	89.8	87.6	160	Trifloxysulfuron	107.6	116.6				

* Spike回収率：最終試験溶液に農薬を添加し測定することで、機器分析におけるマトリックス効果を確認。

* 絶対検量線を使用 回収率30%未満は スタンダードピークなしは 回収率150%以上は